G-column ™ 取扱説明書

この度は、*G-column* をお買上げいただき、誠にありがとうございました。
製品の性能を十分に発揮させ、かつ長期間安定してご使用いただくために、取扱説明書をよくお読みの上、正しくご使用ください。製品は厳密な性能チェックの後、出荷しております。カラムを落とす、ぶつけるなどの衝撃により形状の変形や性能を損なう場合があります。取り扱いには十分ご注意ください。
取扱説明書の事項に従わないで使用し破損や劣化したもの、カラムの寿命に対する事項につきましては、保証の責は負いかねますのでご了承ください。
製品のお取替え及び返品は、製品到着後2週間以内に限り対応し、2週間以上経過した場合、良品受領とさせていただきます。

注意

取扱説明書について
- 製品をお使いになる前に、本取扱説明書を読んでいただき内容をご理解した上で、使用方法を守ってご使用ください。
- 取扱説明書は大切に保管しておいてください。
- ご使用に際し、ご不明な点がございましたら、お問合せください。
- 改良のため、予告なく変更させていただくことがありますので、あらかじめご了承ください。
- 取扱説明書の内容を無断で複製又は転写することは禁止しています。

1. ご使用の前に

1.1 *G-column* の構成及び材質

G-column 本体(カラムホルダーに格納済み)
- 材質: 耐熱ガラス
- 内径: 1.2 mm
- 長さ: 40 m, 20 m, 10 m

G-column 接続部
ステンレス製ジョイント(ジョイント本体、 オシネ)
フェラル
- 材質: グラファイト入りポリイミド(耐熱温度: 350°C)

リードキャピラリー
- 材質: フューズドシリカキャピラリーチューブ、ポリイミド樹脂コーティング(耐熱温度: 350°C)、不活性化処理済

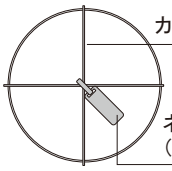
ガスクロマトグラフ接続部
ワンタッチインサート、ガラスインサート
- 材質: 耐熱ガラス、不活性化処理済

ステンレス製接続管

1.2 梱包内容と各部名称

G-column がお手元に届きましたら、液相の種類、長さ、膜厚及び仕様の内容に誤りのないこと、カラムに破損などの異常がないこと、梱包されているものをご確認ください。

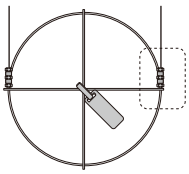
① カラム本体(Cat.No.の末尾が0)



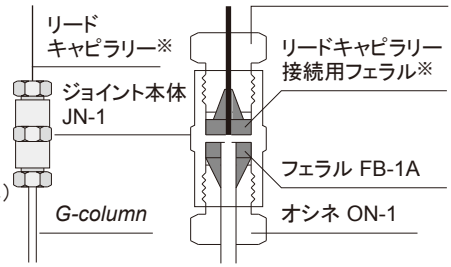
カラムホルダー
ネームプレート
(液相種類、製品番号)

梱包内容
カラムハンガー CF-1(1本)
Test report
取扱説明書

② リードキャピラリー仕様(Cat.No.の末尾が1, 4, 7)
G-column にリードキャピラリーが接続しています。



《ジョイント部拡大図》



リードキャピラリー接続用オシネ※
リードキャピラリー※
リードキャピラリー接続用フェラル※
ジョイント本体 JN-1
フェラル FB-1A
G-column
オシネ ON-1

梱包内容
カラムハンガーCF-1(1本)
スパナ SS-1(2本)
Test report
取扱説明書

Cat.No. _ _ _ _ _ 1	※ リードキャピラリー RN-5(35 cm), オシネ ON-2, フェラル FB-2A
Cat.No. _ _ _ _ _ 4	※ リードキャピラリー RN-6(35 cm), オシネ ON-2, フェラル FB-2A
Cat.No. _ _ _ _ _ 7	※ リードキャピラリー RN-7(35 cm), オシネ ON-3, フェラル FB-3A

③ ワンタッチインサート仕様(Cat.No.の末尾が2, 5, 8)
リードキャピラリー仕様にワンタッチインサートが付属しています。

梱包内容
カラムハンガー CF-1(1本)
スパナ SS-1(2本)
Test report
取扱説明書

ワンタッチインサート
(掃除用ワイヤー付)

Cat.No. _ _ _ _ _ 2	ワンタッチインサート GI-2(1 本),ワンタッチインサート GI-3(1 本)
Cat.No. _ _ _ _ _ 5	ワンタッチインサート GI-2(1 本),ワンタッチインサート GI-3(1 本)
Cat.No. _ _ _ _ _ 8	ワンタッチインサート GI-5(1 本),ワンタッチインサート GI-6(1 本)

④ ステンレス製接続管仕様(Cat.No.の末尾が3, 6, 9)
リードキャピラリー仕様にステンレス製接続管、ガラスインサート等が付属しています。

梱包内容
カラムハンガー CF-1(1本)
スパナ SS-1(2本)
Test report
取扱説明書

ガラスインサート
SN-1(1本), SN-2又はSN-2A(1本)

ステンレス製接続管 SC-1
注入口側, 検出器側(各1本)

※オシネ ※フェラル

Cat.No. _ _ _ _ _ 3	※ オシネ ON-2(2 個), フェラル FB-2A(2 個) 予備 FB-1A, FB-2A(各1 個)
Cat.No. _ _ _ _ _ 6	※ オシネ ON-2(2 個), フェラル FB-2A(2 個) 予備 FB-1A, FB-2A(各1 個)
Cat.No. _ _ _ _ _ 9	※ オシネ ON-3(2 個), フェラル FB-3A(2 個) 予備 FB-1A, FB-3A(各1 個)

GCのメーカー・型式によってステンレス製接続管の注入口側と検出器側が異形の場合や、ガラスインサートが付属しない場合があります。

1.3 注意

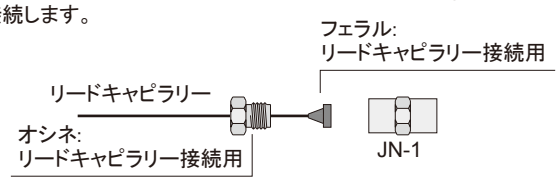
- *G-column* はガラス製です。お取り扱いにはご注意ください。
- リードキャピラリーは柔軟性がありますが、無理に力を加えると折れる危険性があります。
- 緩衝材に接続部品を引っ掛けないように箱から取り出してください。
- 使用時には、接続部品固定用の緩衝材やビニル被覆針金を必ず取り除いてください。
- リードキャピラリー仕様、ワンタッチインサート仕様、ステンレス製接続管仕様は、リードキャピラリーを接続して出荷しています。接続には万全を期しておりますが、輸送時の振動等で緩みが生じる場合がございます。接続部分に緩みがないか、確認してからご使用ください。

2. *G-column* とリードキャピラリーの接続

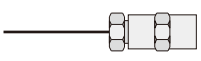
2.1 接続方法

G-column とリードキャピラリーの接続方法は以下のとおりです。リードキャピラリー接続用のオシネ、フェラルはリードキャピラリーの種類によって異なります(1.2 梱包内容をご覧ください)。

① リードキャピラリーにオシネ、フェラルを通し、リードキャピラリーの先端を直角に整え、先端がジョイント本体(JN-1)の中央壁に接するように、手で接続します。



② リードキャピラリーを引っ張ったとき、抜けない程度に付属のスパナ(SS-1)で増し締めします。



③ *G-column* 側にオシネ(ON-1)、フェラル(FB-1A)を通し、*G-column* の先端を直角に整え、先端がジョイント本体の中央の壁に接するように、②のジョイント本体を手で接続します。

④ *G-column* とジョイント部分を持って、ジョイント部分が回らない程度に付属のスパナ(SS-1)で増し締めします。

2.2 注意

- 接続部の絞め過ぎによるリードキャピラリーや*G-column* の破損には十分注意してください。
- リードキャピラリーを切断するには、市販のキャピラリーカッターを使用してください。
- *G-column* を切断するには、市販のキャピラリーカッターややすりで傷を入れ、ガラス管を切断する要領で切断してください。

3. *G-column* とガスクロマトグラフの接続

接続方法は仕様により異なります。

3.1 ワンタッチインサート仕様

ワンタッチインサートはガスクロマトグラフ付属の袋ナットとフェラルなどでパックドカラムと同様に取り付けます。リードキャピラリーをワンタッチインサートに挿し込むだけで、リードキャピラリーのポリイミド樹脂の被膜がパッキンの役割をし、ワンタッチインサートの内壁と密着します。

3.2 ステンレス製接続管仕様

汚染物質をガラスインサートにトラップさせる場合や、温度差の大きい昇温分析時に使用します。ステンレス製接続管はガスクロマトグラフ付属の袋ナットとフェラルなどでパックドカラムと同様に取り付けます。ガスクロマトグラフのメーカー・型式によってステンレス製接続管の注入口側と検出器側が異形の場合や、ガラスインサートを使用しない機種もあります。

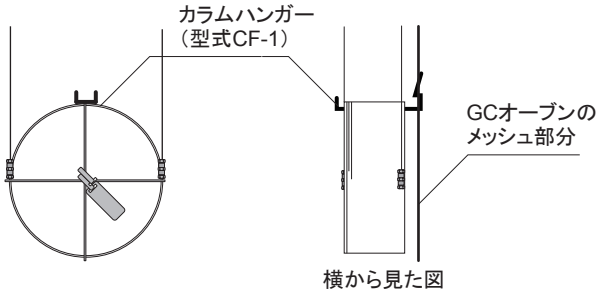
3.3 キャピラリーカラム専用ガスクロマトグラフに接続する場合

リードキャピラリーをガスクロマトグラフ付属のキャピラリーカラム接続用フェラルと袋ナットで直接ガスクロマトグラフに接続します。試料注入方式をスプリットレスにし、キャリヤーガスの設定を10-20 mL/minにします。
ガスクロマトグラフ付属のカラム接続用フェラルは以下を使用してください。

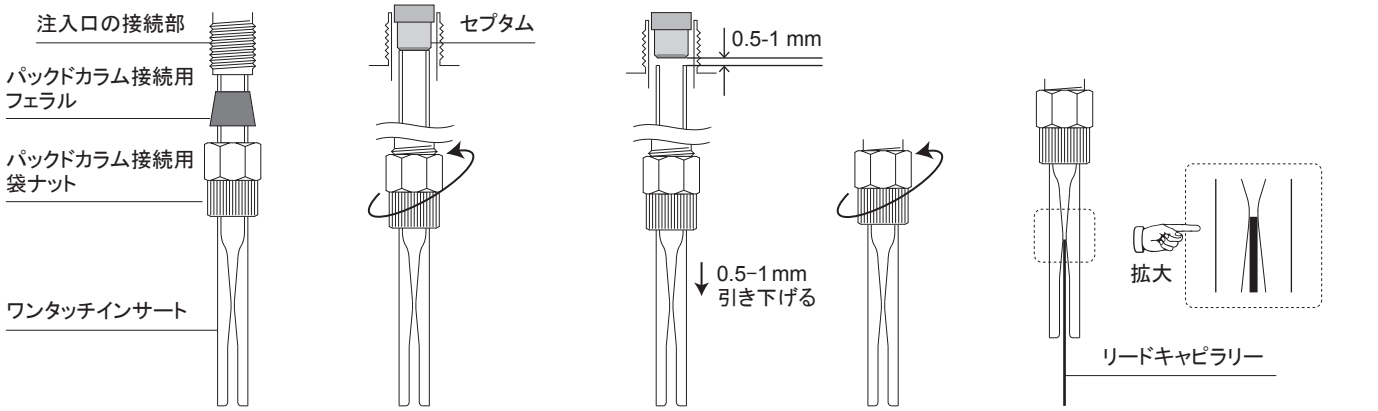
- RN-5: 内径0.25 mmキャピラリーカラム接続用フェラル
- RN-6: 内径0.32 mmキャピラリーカラム接続用フェラル
- RN-7: 内径0.53 mmキャピラリーカラム接続用フェラル

3.4 *G-column* の据え付け

ガスクロマトグラフのオーブンメッシュ部分に*G-column* がオーブンの中心になるようにカラムハンガーを水平に取り付けます。ジョイント部に負荷がかからない位置に据え付けてください。



《ワンタッチインサート仕様》



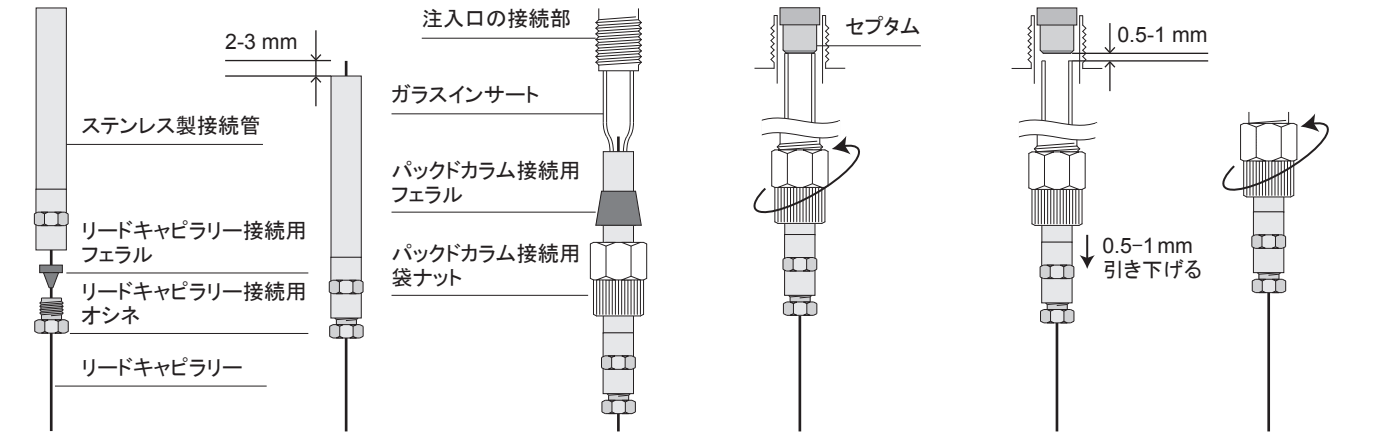
① 注入口側のワンタッチインサートにガスクロマトグラフ付属のパックドカラム接続用袋ナットとフェラルを通し、カラムオーブン側からGCの注入口へ挿し込みます。

② ワンタッチインサートの先が、セプタムに当たるまで挿し込み、袋ナットを仮締めします。

③ キャリヤーガスの流路を確保するために、ワンタッチインサートを0.5−1 mm引き下げて、その位置で袋ナットを固定します。同様に検出器側を①から②の要領で取り付け、隙間を空けずに袋ナットを固定します。

④ *G-column* に接続しているリードキャピラリーをワンタッチインサートに挿し込みます。リードキャピラリーは、ワンタッチインサートの狭くなった部分で止まります。

《ステンレス製接続管仕様》



① *G-column* に接続しているリードキャピラリーにオシネ、フェラル、注入口側のステンレス接続管を通し、リードキャピラリーがステンレス製接続管から2−3 mm出ている状態で付属のスパナ(SS-1)で固定します。

② ①にGC付属のパックドカラム接続用袋ナットとフェラルを通します。注入口側ガラスインサートを上から挿し入れ、カラムオーブン側からGCの注入口へ挿し込みます。

③ ガラスインサートの先が、セプタムに当たるまで挿し込み、袋ナットを仮締めします。

④ キャリヤーガスの流路を確保するために、ステンレス製接続管を0.5−1 mm引き下げて、その位置で袋ナットを固定します。同様に検出器側を①から③の要領で取り付け、隙間を空けずに袋ナットを固定します。

・ 図は接続の一例です。パックドカラム接続用フェラルの代わりにO-リング等で接続する場合もあります。

4. 分析

4.1 キャリヤーガス

キャリヤーガスには高純度ヘリウム（99.9999%）の使用をお勧めします。酸素を含んだキャリヤーガスの使用は、液相劣化の原因となります。必ず酸素トラップなどで酸素を除去して使用してください。

4.2 注意事項

分析をおこなう前に、ガスクロマトグラフとの接続部、リードキャピラリーと *G-column* のジョイント部に緩みや詰まりがないことを必ず確認してください。以下のことは液相劣化を起こしますので絶対にしないでください。

- カラム内のキャリヤーガスとの置換が不十分なままの使用
- キャリヤーガスがカラムに流れていない状態での使用
- 最高使用温度以上のカラム温度での使用
- 急激な温度変化
- 酸素を含む試料の大量導入

4.3 コンディショニング

G-column はコンディショニングして出荷されますが、カラムの性能を発揮させ、再現性の良い分析結果を得るためには、分析前のコンディショニングをおこなってください。コンディショニングの方法は以下を参考にしてください。

① ガスクロマトグラフとの接続部、リードキャピラリーと*G-column* のジョイント部に緩みや詰まりがないことを確認します。

② 注入口側のリードキャピラリーを取り付けます。このとき出口側のリードキャピラリーは検出器から外しておきます。

③ キャリヤーガスを流し、出口側からガスが出ていることを確認します。

④ 室温の状態でキャリヤーガスを10-20 mL/minで20-30分間流し、カラム内をキャリアーガスで置換します。

⑤ 初期温度を40℃に設定し、15分間安定させた後、分析温度に対し+20-30℃、又はカラムの最高使用温度まで5-10℃/minで昇温し、60分間程度放置します。

⑥ 温度を下げて、終了です。

高感度で微量分析を行なう場合にはコンディショニング時間を延ばすことによって良い結果が得られる場合があります。

《最高使用温度一覧》

G-column 種類	G-100	G-205	G-230	G-250	G-300	G-450	G-950
最高使用温度（℃）	280	310	300	300	220	230	200

・ G-100, G-205の膜厚5 μmの最高使用温度は250℃です。

4.4 液相別注意事項

《G-300》

G-300はポリエチレングリコール（PEG）相当の液相をコーティングしています。劣化すると液相が茶色に変色し、最終的には液滴状になります。使用の際には以下のことについて注意してください。

- 酸素を含まないキャリヤーガスを使用します。酸素が含まれる恐れのある場合は酸素トラップなどで酸素を除去します。
- カラムを加温する前に室温でキャリヤーガスとの置換を十分おこないます。
- カラムが十分に冷えてからキャリヤーガスを止めます。

《G-950》

G-950は高膜厚で吸着分配型カラムのため、ベースラインが安定しにくいことがあります。このような場合は、コンディショニングの時間を延長することで改善します。

《G-100膜厚5 μm, G-205膜厚5 μm》

液相量が多いため、最高使用温度が他の膜厚より低くなります。ベースラインが安定しないときはコンディショニングの時間を延長することで改善します。

5. 保管

分析終了後はコンディショニングをおこない、試料がカラム内に残留しないようにします。カラム内を完全にキャリヤーガスで置換し、温度を下げてからガスクロマトグラフから取り出します。

長期間使用しない場合は、保管状態での空気や汚染物質の混入に注意してください。二週間以上使用しない場合は、リードキャピラリーの両端にセプタムやシリコンゴムで栓をして保管してください。

- *G-column* の液相は化学結合型で安定ですが、空気や汚染物質の混入、温度変化により、経時劣化が生じることがあります。
- 長期間保管後に使用する場合は室温でのキャリヤーガス置換をおこなってから昇温してください。

6. 保守・トラブル対策

- *G-column* とリードキャピラリーの接続部、ステンレス製接続管の接続部は、分析時の温度変化により、緩みが生じる場合があります。また、絞め過ぎや長期間使用により、フェラルが割れることがあります。定期的に分解し、必要に応じて部品を交換してください。
- リードキャピラリーのポリイミド被膜は、熱により先端部分の剥離や硬化が生じます。そのまま使用すると、キャリヤーガスが漏れる場合があります。再接続の際は、リードキャピラリーの先端を切断してください。ワンタッチインサート内にリードキャピラリーのポリイミド被膜が焼け付いて残ることがあります。付属のワイヤーで取り除いてください。
- 試料による汚染の影響が生じたとき、*G-column* 本体の注入口側を1-2巻切り取ることで元の性能に戻る場合があります。汚染する恐れのある試料を分析する際は、ガードカラムの使用をお勧めします。
- 接続部品の汚れは、ベースラインの不安定、ノイズの発生、カラムの汚染などの原因となります。汚れた場合、溶媒などで洗浄してください。
- *G-column* は化学結合により液相をコーティングしていますが、溶媒による洗浄はできません。

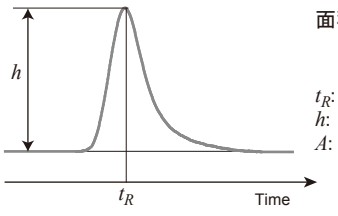
《トラブル例と確認事項》

現象	原因	確認事項
ピークが小さい ピークが出ない	キャリヤーガスのもれ 流路の詰まり	キャリヤーガス流路の確認 （各接続部分の確認）
	部品への吸着物質の残留	部品の洗浄、部品の交換
	液相への吸着物質の残留	コンディショニング
ピーク面積や 保持時間に再現性がない	キャリヤーガスのもれ 流路の詰まり	キャリヤーガス流路の確認 （各接続部分の確認）
	部品への吸着物質の残留	部品の洗浄、部品の交換
	液相への吸着物質の残留	コンディショニング
ピーク形状異常 テーリングが大きい	キャリヤーガスのもれ 流路の詰まり	キャリヤーガス流路の確認 （各接続部分の確認）
	部品への吸着物質の残留	部品の洗浄、部品の交換
	液相への吸着物質の残留	コンディショニング
	カラム液相の劣化	カラムの交換
	試料負荷量が大きい	適正負荷量の再調整（膜厚の検討、試料濃度の再調整）
関係のないピークの検出	部品への吸着物質の残留	部品の洗浄、部品の交換
	液相への吸着物質の残留	コンディショニング
	セプタムやゴムパッキン由来のゴーストピーク	耐熱性、ローブローディングのものへ交換
ベースラインが安定しない	部品への吸着物質の残留	部品の洗浄、部品の交換
	液相への吸着物質の残留	コンディショニング
	高沸点試料の混入	コンディショニング
	コンディショニングの不足	コンディショニング時間延長
	カラム液相の劣化	カラムの交換
圧力の異常	キャリヤーガスのもれ 流路の詰まり	キャリヤーガス流路の確認 （各接続部分の確認）

参考　Test reportについて

G-column は全数検査により、カラムの分離能や吸着性を一本一本確認しています。Test reportはそのカラムの初期性能を示したものです。カラム性能を再確認したいとき、ピーク形状を比較してみると劣化の度合いの目安になります。Test reportの理論段数（Naphthalene、G-950は*n*-Buthane）は以下のように算出しています。

ただし、使用機器により誤差を生じる場合があります。



面積高さ法　$N = 2\pi \cdot \left(\frac{t_R \cdot h}{A}\right)^2$

t_R: 保持時間
h: ピーク高さ
A: ピーク面積

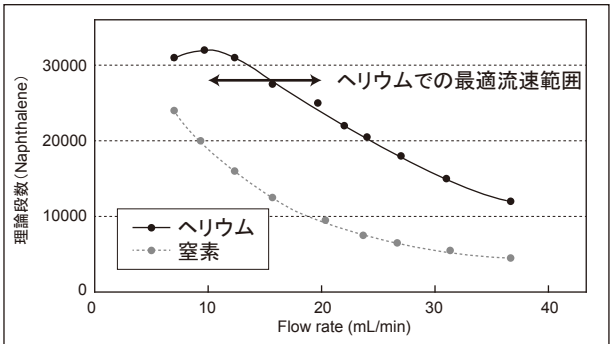
7. *G-column* を上手に使うために

7.1 キャリヤーガス（窒素とヘリウム）の選択

一般に、窒素中の試料の拡散定数はヘリウムのそれよりも小さく、ヘリウムの方が窒素を使用した場合より高い理論段数が得られます。高分離能を必要とする場合はヘリウムの使用をお勧めします。

7.2 流量の設定と測定

G-column は広範囲の流量設定が可能です。キャリヤーガスには、窒素を使うこともできますが、ヘリウムを用いることで、より広い流速範囲で高い分離能を得ることができます。
G-column の最適流量範囲は10-20mL/minです。



[Analytical conditions]
Column: *G-column*, G-100, 1 μm; Column size: 1.2 mm I.D.× 40 m L.
C.Temp: 120 ºC
Detection: FID; Inj.vol.: 1 μL (100 mg/L)
Sample: Naphthalene

キャリヤーガスと理論段数の関係

キャピラリー専用ガスクロマトグラフを用いる場合は、スプリット／スプリットレス注入口でスプリットレス分析、又はオンカラム注入口法で分析します。その際、キャリヤーガスの流速を10 mL/min以上に設定すると、試料はスムーズにカラム内に導入されます。

大口径の *G-column* はマスフローコントローラーのデジタル設定表示と異なる場合があります。再現性の良い分析結果を得るには実際の流速を算出することです。非分配成分の保持時間 t_0 を測定してキャリヤーガス流速 f を算出するには、

$$f = \pi (1/2\, r)^2 \cdot L / t_0$$

r : カラム内径; L : カラム長さ

G-column , 40 mにおいて、

$$f = 45.2 / t_0$$

例えば、メタンの保持時間が2.26分のとき流速は20.0 mL/minとなります。なお、この算出法では、メタンを保持しないことが前提となります。メタンは沸点が低く通常の使用では保持しませんが、高膜厚でカラム温度が低い場合やG-950はメタンを保持するので誤差が生じます。

7.3 カラム温度

カラム温度は試料の沸点より低い温度に設定します。カラムの最高使用温度以下で試料成分が全て溶出すること、カラム内に試料が残留しないことが重要です。安定してカラムを長く使用するためには不必要な高温条件での分析は避けるべきです。

7.4 長さの選択

カラム長さが2倍になると、理論段数は約2倍になります。カラム長さが長いほど理論段数が高くなるので、試料の分離を最優先したい場合、長いカラムを選択します。*G-column* のカラム長さは最長40 mです。最初に40 mで分析し、分離が十分ならば、カラム長さを短くして、分析時間短縮をすることができます。

7.5 膜厚の選択

膜厚が厚くなるほど保持時間が大きくなります。低沸点物質の分析には、膜厚の厚いカラムを選択します。*G-column* では、G-100とG-205の膜厚5 μm及びG-950が適しています。反対に膜厚が薄くなるほど保持時間が短くなります。高沸点物質には、膜厚の薄いカラムを選択します。*G-column* では、0.1–0.5 μm(0.1 μmはG-205のみ)が適しています。
膜厚を厚くすることにより、試料負荷量が大きくなり、分析試料のオーバーロードを防ぐことができます。膜厚の薄いカラムは昇温分析時のベースラインのドリフトが低く、逆に膜厚の厚いカラムは高くなります。高感度分析にはより膜厚の薄いカラムが適しています。

7.6 注入量

試料負荷量は一般的に液相量に比例して大きくなります。極微量分析では目的成分のピーク面積を得るために大量の試料を注入する必要があります。このようなとき注入口で気化した試料がカラム内に入るのに時間を要するためにピーク幅が広がり理論段数が低下します。*G-column* ではカラムへの試料導入をスムーズにするために内径0.53 mmのリードキャピラリーで使用することをお勧めします。

7.7 液相の選択

分析条件を変えても分離が困難な場合は、液相の種類を変えることで容易に分離できる場合があります。各成分の分離が十分得られる液相を選択することは、より良い分析をするために必要なことです。
G-column は無極性～強極性の液相を揃えております。また、低沸点化合物の分離には、吸着分配型（G-950）がお勧めです。

8. *G-column* ラインアップ

膜厚（μm）	0.1		0.5		1.0			2.0		3.0		5.0		25.0	
長さ（m）	20	40	20	40	10	20	40	20	40	20	40	20	40	20	40
G-100			○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○		
G-205	○	○	○	○	○	○	○	○	○			○	○		
G-230			○	○		○	○	○	○						
G-250			○	○		○	○								
G-300			○	○		○	○	○	○						
G-450						○	○								
G-950														○	○

9. *G-column* 主要消耗品リスト

その他の消耗品及び詳細は、ホームページ、カタログをご覧ください。製品仕様は、2014年4月1日現在のものとなります。予告なく変更する場合がありますので、予めご了承下さい。

製品	型式	内容　（ ）内: 数量	Cat.No.
リードキャピラリー	RN-5	内径0.25 mm（3m）	450100
	RN-6	内径0.32 mm（3m）	450200
	RN-7	内径0.53 mm（3m）	450300
ジョイント本体	JN-1	ジョイント本体（2個）	420100
オシネ	ON-1	*G-column* 接続用（2個）	420200
	ON-2	RN-5, RN-6接続用（2個）	420300
	ON-3	RN-7接続用（2個）	420400
フェラル	FB-1A	*G-column* 接続用（10個）	430100
	FB-2A	RN-5, RN-6接続用（10個）	430200
	FB-3A	RN-7接続用（10個）	430300
ワンタッチインサート※	GI-2	注入口側 RN-5, RN-6接続用（2本）	440100
	GI-3	検出器側 RN-5, RN-6接続用（2本）	440200
	GI-5	注入口側 RN-5, RN-6, RN-7接続用（2本）	440300
	GI-6	検出器側 RN-5, RN-6, RN-7接続用（2本）	440400
ガラスインサート※	SN-1	検出器側（2本）	440900
	SN-2	注入口側 島津製作所GC以外（2本）	440700
	SN-2A	注入口側 島津製作所GC専用（2本）	440800
ステンレス製接続管※	SC-1	注入口側（1本）、検出器側（1本）	420500

※ 使用するGCのメーカー・型式の指定が必要です。

ガードカラム

製品	内容　（ ）内: 数量
ガードカラム	ガードカラム（4本）
	ガードカラム（4本）、接続部品付き

・ ガードカラムの膜厚は1 μm（G-950 は25 μm)です。
・ 接続部品付きは、G-column とガードカラムを接続するために必要な部品がセットになっています。
RN-5（10 cm）, ON-1（2個）, ON-2（2個）, JN-1（2個）, FB-1A（2個）, FB-2A（2個）

【お問合せ先】
CERI 一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
http://www.cerij.or.jp
東京事業所 クロマト技術部
e-mail chromato@ceri.jp
TEL 0480-37-2601 FAX 0480-37-2521
〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地

2014/07